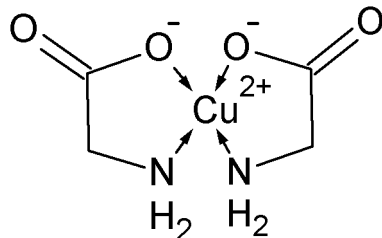


Versuch V11
(Version 02/2025)

Darstellung von cis-Kupfer(II)-bisglycinat Monohydrat
und Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl

Einleitung

Strukturformel



cis-Kupfer(II)-bisglycinat

Chemikalien

Kupfer (II)-acetat Monohydrat

Glycin

Ethanol

H₂SO₄ (konz. und 0,1 mol/L)

NaOH (20%ig und 0,2 mol/L)

Indikator Methylrot

Geräte

Becherglas 100 ml mit Rührfisch und Heizplatte

Eisbad

Saugvorrichtung mit Büchnertrichter

Rückflussapparatur

Kjeldahlapparatur mit Wasserdampferzeugung

Erlenmeyerkolben

Bürette

Porzellantiegel

Charakterisierung

Stickstoffbestimmung, Thermogravimetrie, UV/VIS Absorptionsspektrum

Darstellung des Komplexes

1,60 g Kupfer (II)-acetat Monohydrat werden in einem 100 ml Becherglas in 20 ml H₂O gelöst auf ca. 70 °C erwärmt und unter Rühren mit 20 ml heißem Ethanol versetzt. Eine Lösung von 1,20 g Glycin in 20 ml H₂O, ebenfalls auf 70 °C erwärmt, wird dann zügig unter Rühren hinzuge tropft. Die vollständige Kristallisation des Komplexes erfolgt anschließend im Eisbad. Das Produkt wird mittels Büchnertrichter abgesaugt, mit Ethanol gewaschen und 2 h bei 200 °C getrocknet. Im Bereich von 400 nm – 850 nm wird die Absorbanz mit dem UV-VIS-Spektrometer gemessen.

Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl

320 mg – 350 mg des zuvor hergestellten Kupferglycinats werden mit ca. 15 ml konz. H₂SO₄ im Kjeldahl-Kolben vorgelegt und 1 h unter Rückfluss gekocht (Siedesteine!). Die entstandene Lösung wird in einen 500 ml Dreihalskolben mit ca. 100 ml – 150 ml H₂O überführt (Rührfisch!). **Vorsicht!!** Befüllen Sie den Vorlagekolben der Kjeldahl-Apparatur mit exakt 20 ml 0,1 mol/L H₂SO₄ und ca. 80 ml H₂O, des weiteren den Tropftrichter über der Komplexlösung mit ca. 100 ml 20%-iger NaOH.

Wenn das Wasser der Wasserdampfapparatur siedet, erfolgt die **vorsichtige !!** tropfenweise Zugabe der NaOH unter Rühren, bis die Lösung alkalisch ist (Farbänderung sichtbar). Der Tropftrichter wird geschlossen und die Mischung weitere 30 min zur vollständigen Überführung des entstehenden Ammoniaks gekocht.

Nach Belüften der Apparatur kann der Vorlagekolben entfernt werden und die gesamte Lösung gegen 0,2 mol/l NaOH mit Methylrot (Umschlag rot → gelb) zurücktitriert werden.

Zur weiteren Charakterisierung des Produktes wird eine gravimetrische Bestimmung des Kupfergehaltes durchgeführt. Hierzu wiegt man 200 mg – 300 mg Kupferglycinat in einen Porzellantiegel ein und glüht diesen 2 h bei 600 °C. Welche Verbindung entsteht?

Vergleichen Sie die theoretischen Gehalte an Stickstoff und Kupfer mit den von Ihnen ermittelten Werten und ziehen Sie Rückschlüsse auf den tatsächlichen Wassergehalt des Komplexes.

Rechnung Stickstoffbestimmung Kupferglycinat

Molare Massen

CuO: 79,544g/mol

Cu: 63,646g/mol

Cu-Glycinat: 211,65g/mol

N: 14,0065g/mol

1. Gravimetrie

Tiegel Leergewicht: _____

Einwaage Cu-Glycinat xH₂O: _____

Auswaage CuO: _____

Auswaage Cu: _____

Auswaage Cu-Glycinat: _____

F = Auswaage Cu-Glycinat/ Einwaage Cu-Glycinat xH₂O: _____

2. Theoretischer Stickstoffgehalt

Einwaage an Cu-Glycinat xH₂O • F: _____

Theoretischer Stickstoffgehalt: _____ mg

3. Praktischer Stickstoffgehalt

Vorlage 0,1mol/L H₂SO₄: _____ mL

Verbrauch an 0,2mol/L NaOH: _____ mL

mL H₂SO₄ – mL NaOH: _____ mL

1mL H₂SO₄ 0,1mol/L entspr. 2,8013 mg N: _____ mg N

Wiederfindungswert an N: _____ %